

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-069367

(43)Date of publication of application : 08.03.1990

(51)Int.Cl.

C04B 38/06

(21)Application number : 63-221680

(71)Applicant : SHOWA DENKO KK

(22)Date of filing :

05.09.1988

(72)Inventor : YUZAWA YOSHIHIKO

HOSHINA MITSUO

NISHIHARA TAKAHITO

## (54) GRANULE FOR MOLDING CERAMIC POROUS SINTERED COMPACT

### (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain granules for producing ceramic porous sintered compact having no problem in mechanical strength and no adhesion on a sliding surface by contg. org. powder having a specified particle size.

CONSTITUTION: The ceramic raw material powder is mixed with a mixture consisting of a binder for molding, a sintering auxiliary and a mold release agent, and furthermore the org. powder having 10-60 $\mu$  mean particle size to make a slurry and the slurry is granulated mainly with a spray dryer. The org. power added to the granules, which is present inside the granules for molding and ceramic molded body until the ceramic molded body is calcined, and vanishes by decomposing or sublimating upon calcining to leave the shape thereof as bubbles inside the ceramic body after calcining, is enough. By using the granules for molding, the porous sintered compact is easily obtd. and the sliding properties of sliding members, etc., are also increased.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A) 平2-69367

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>  
C 04 B 38/06識別記号 庁内整理番号  
B 6359-4 G

⑭ 公開 平成2年(1990)3月8日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 セラミックス多孔質焼結体成形用顆粒

⑯ 特 願 昭63-221680

⑰ 出 願 昭63(1988)9月5日

⑱ 発 明 者 湯 沢 慶 彦 長野県塩尻市大字宗賀1 昭和電工株式会社塩尻工場内  
 ⑱ 発 明 者 保 科 充 男 長野県塩尻市大字宗賀1 昭和電工株式会社塩尻工場内  
 ⑱ 発 明 者 西 原 幸 人 長野県塩尻市大字宗賀1 昭和電工株式会社塩尻工場内  
 ⑲ 出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門2丁目10番12号  
 ⑳ 代 理 人 弁理士 寺 田 寛

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

セラミックス多孔質焼結体成形用顆粒

## 2. 特許請求の範囲

平均径が10~60 $\mu$ mの有機物粉末を含有してなる

セラミックス多孔質焼結体成形用顆粒。

## 3. 発明の詳細な説明

## 産業上の利用分野

本発明は、主として摺動部材等に使用されるセラミックス多孔質焼結体を製造する際に用いる成形用顆粒に関する。

## 従来技術

セラミックス焼結体は、耐食性に優れ、高硬度等のため、メカニカルシールや軸受け等の摺動部材等に優れた材料であることが知られている。

この場合のセラミックス焼結体は、機械的強度や表面平滑性の問題から一般には理論密度の95%を超える高密度のものが使用されている。このセラミックス焼結体の成形用顆粒はセラミックス原

料粉末に成形バインダー、焼結助剤、離型剤を含有し、成形圧力によって容易に潰れ、成形体密度を高くすることができる顆粒である。

発明が解決しようとする課題

摺動部材は一般に摺動時の摩擦抵抗を少なくし、摺動面に傷が発生しない様に表面は特に平滑にされる。

ところが高密度セラミックス焼結体は表面仕上げすると平滑性が非常によく鏡面になり、摺動面が密着し、却って駆動力では摺動しにくいという欠点があり、特に摺動開始時が問題となる。

摺動面がセラミックス焼結体同志又は一方がセラミックス焼結体で他方がカーボン材である摺動部材である場合、セラミックス焼結体の少なくとも一方を低密度化することにより、その多孔質のセラミックス焼結体内の気孔中に液体を含有させることができ、これによって摺動特性を改良している。

本発明は、機械的な強度も問題がなく、そして摺動面で接着を起こさない多孔質のセラミックス

焼結体からなる摺動部材を製造するための成形用顆粒を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

本発明者は、上記の目的のため種々検討した結果、仮焼時に消失するプラスチックビーズ等の有機物粉末を含有させた顆粒がよいことを見出した。即ち、本発明は、平均径が $10\sim 60\mu\text{m}$ の有機物粉末を含有してなるセラミックス多孔質焼結体成形用顆粒を提供するものである。

セラミックス多孔質焼結体を製造するため、この顆粒を用いて、生成形体をラバープレス又はプレス成形機により造り、その生成形体を加工し、焼結することにより、摺動部材に用いられる多孔質のセラミックス焼結体を容易に製造できることを見出した。

摺動部材は、一般に一方が可動側、他方が固定側となるが、メカニカルシールや軸受け等では、摺動部材が水やその他の液体中で使用されることが多い。

本発明の成形用顆粒を用いて製造されたセラ

体の場合には $\text{MgO}$ 等が使われる。

離型剤としては、一般的には、ステアリン酸又はその塩が使われる。

顆粒内に入れる有機物粉末は、セラミックス成形体が仮焼されるまでは、成形用顆粒およびセラミックス成形体の内部に存在し、仮焼時に分解又は、昇華等により消失し、仮焼後にセラミックス体の内部に気孔としてその形状を残すものならよいが、好ましくは、スチレンビーズ、ポリエチレンビーズ、ポリプロピレンビーズ等のプラスチックの球状粒又は、楕円体粒がよく、更に顔料粉末、大鋸屑等も使用することができる。

また、顆粒化の際に使用する有機物粉末の大きさは、セラミックス多孔質焼結体の気孔の大きさとほぼ一致するが、多孔質焼結体の気孔径に関しては、その気孔が液溜りとして作用し得る範囲の大きさ、すなわち浸透した液が起動時の摩擦熱で容易に滲み出て油膜を形成する径以上であり、液が短時間で流出せず液溜りとして継続的に作用し、相手材の摩耗、いわゆる下し金現象を引き起こさ

ミックス多孔質焼結体は、その気孔に液体が溜まり、摺動性を良くする。

摺動部材に用いられるセラミックス多孔質焼結体は、 $\text{SiC}$ 又は $\text{Al}_2\text{O}_3$ を主成分にするものが現在は主である。

一般的には、セラミックス焼結体成形用顆粒には、平均粒径 $5\mu\text{m}$ 以下のセラミックス原料粉末に成形バインダー、焼結助剤および離型剤を混合してスラリー化し、それを主としてスプレードライヤーにより顆粒化するが、本発明であるセラミックス多孔質焼結体成形用顆粒の場合には更に有機物粉末を混合してスラリー化し、それを主としてスプレードライヤーにて顆粒を造る。

成形バインダーとしては、顆粒を造るスラリーが水系の場合には、ポリビニルアルコール又はポリエチレングリコール等が使われ、スラリーが非水系の場合には、ポリビニルブチラル樹脂等が使われる。

また、焼結助剤としては、 $\text{SiC}$ 焼結体の場合には、通常、 $\text{C}$ 、 $\text{B}$ 、 $\text{Al}$ 等が、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 焼結

体の場合には $\text{MgO}$ 等が使われる。ない範囲の気孔径である必要があり、平均気孔径として $10\sim 60\mu\text{m}$ が好ましいことを見出した。平均気孔径が $10\mu\text{m}$ 未満では起動時に気孔中に浸透した液が短時間で表面に現れず、また $60\mu\text{m}$ を越えると、シール漏れがある上に相手材がカーボンの場合には、その摩耗を極度に促進してしまう。

それ故、顆粒化の際に使用する有機物粉末の大きさは、好ましくは、平均径として $10\sim 60\mu\text{m}$ であることになる。

また、顆粒化の際に使用する有機物粉末の添加量は、セラミックス多孔質焼結体の気孔率とほぼ対応することが分った。この焼結体の気孔率は、液溜りとしての作用が認められる程度の範囲であり、連続気孔になっていない独立気孔として存在する範囲であることが必要である。そのためには、全開気孔および全閉気孔の和である全気孔率は、 $2\sim 20\text{vol.}\%$ が好ましい範囲である。よって、顆粒化の際に使用する有機物粉末の添加混合量は $2\sim 20\text{vol.}\%$ が好ましい範囲であり、 $2\text{vol.}\%$ 未満では、多孔質焼結体の液溜りの潤滑効果が見ら

れず、20vol.%を越えると焼結体の強度の大幅な低下を来すとともに、液漏れの原因となる連続気孔になる可能性が強くなる。

また顆粒の大きさは、平均径として60~120 $\mu$ mが好ましく、60 $\mu$ m未満では流動性が悪くなり、120 $\mu$ mを越えると成形体内に不規則な粗大な孔が生じ易くなり、強度として極度に悪影響を及ぼすことになる。炭化珪素多孔質焼結体の場合、平均粒径2 $\mu$ m以下の炭化珪素の微粉末に、炭素、ほう素、アルミニウム等の公知の焼結助剤を添加し、更に離型剤および平均径が10~60 $\mu$ mの有機物粉末を、水とともに混合してスラリー化し、その後、噴霧乾燥して顆粒化し、その顆粒を金型等に入れ、成形体を造り、仮焼後、焼結して製造される。

#### 実施例

以下、本発明を実施例により更に詳しく説明する。

##### 実施例 1

平均粒径が0.45 $\mu$ mの炭化珪素粉末 100重量部に對し、炭化ほう素粉末 0.8重量部、カーボンブ

ラック粉末 2.5重量部、ポリビニルアルコール 2.5重量部、平均粒径40 $\mu$ mの澱粉粉末 3.5重量部、離型剤としてステアリン酸 2.0重量部に水を添加し、ボールミル中で10時間混合し、40%濃度のスラリーをつくり、スプレードライヤーにて顆粒化した。この顆粒の平均径は75 $\mu$ mであった。

次にこの顆粒を成形型に充填し、1.5ton/cm<sup>2</sup>の圧力で加圧成形し、生成形体を得た。次いで、この生成形体を2050℃で3時間アルゴン雰囲気中で焼結し、密度2.90g/cm<sup>3</sup>、平均気孔径が38 $\mu$ mの炭化珪素多孔質焼結体を得た。

##### 比較例 1

平均粒径40 $\mu$ mの澱粉粉末のみを添加混合しない点を除けば実施例1と同じ混合割合でスラリー化して、同じ方法で顆粒化した。

この顆粒を実施例1と同様に1.5ton/cm<sup>2</sup>の圧力で加圧成形し生成形体を得た。次いで、この生成形体を2050℃で3時間アルゴン雰囲気中で焼結し、密度が3.16g/cm<sup>3</sup>の緻密質炭化珪素焼結体を得た。

##### 実施例 2

実施例1および比較例1のそれぞれの焼結体を外径30mm $\phi$ 、内径24mm $\phi$ 、厚さ8mmに研削加工し、それぞれの片面をラップ仕上げし面粗度0.05 $\mu$ mのメカニカルシール部材とした。

このメカニカルシール部材を水中でリングオンディスク(SiC焼結体の円盤(ディスク)の上にSiC焼結体のリングを載せ、リングの中心軸を中心にして回転させる)方式にて、摩擦係数を測定した。

このときのディスクの密度は3.15g/cm<sup>3</sup>であった。その結果、本発明の顆粒より造られた実施例1のメカニカルシールの摩擦係数は面圧1.8kg/cm<sup>2</sup>、周速0.5m/secで0.02であるのに対し、比較例1のメカニカルシールの摩擦係数は、同一測定条件で0.04であった。

本発明の顆粒より造られた実施例1の炭化珪素多孔質焼結体のものは、優れた摺動特性を有していることがこの結果より認められる。

#### 発明の効果

本発明のセラミックス多孔質焼結体成形用顆粒を用いると容易に多孔質焼結体を得ることができ、摺動部材等の摺動特性も向上し、液体中で使用するメカニカルシール、軸受け等の用途に対し、従来品より極めて優れており、耐久性、信頼性を向上させることができ、産業上極めて有用である。

出 願 人 昭 和 電 工 株 式 会 社

代 理 人 弁 理 士 寺 田 實